



日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

BSKB  
(703) 205-8000  
1752-0145P  
New  
2/18/04  
Chantal,  
(18)

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日  
Date of Application: 2 0 0 3 年 5 月 9 日

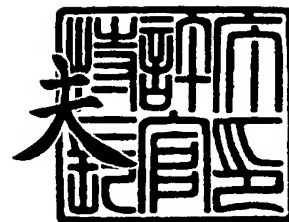
出 願 番 号  
Application Number: 特 願 2 0 0 3 - 1 3 1 0 2 5  
[ST. 10/C]: [ J P 2 0 0 3 - 1 3 1 0 2 5 ]

出 願 人  
Applicant(s): 多摩化学工業株式会社

2 0 0 4 年 1 月 2 6 日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今 井 康



【書類名】 特許願

【整理番号】 SP0718KN

【提出日】 平成15年 5月 9日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 B24B 37/00

【発明者】

    【住所又は居所】 神奈川県川崎市川崎区東田町 6 番地 1、多摩化学工業株式会社社内

    【氏名】 長 俊連

【発明者】

    【住所又は居所】 大分県大分市青崎 1 丁目 9 番 5 1 号、多摩化学工業株式会社大分工場内

    【氏名】 岩城 彰

【発明者】

    【住所又は居所】 大分県大分市青崎 1 丁目 9 番 5 1 号、多摩化学工業株式会社大分工場内

    【氏名】 麻生 敏明

【特許出願人】

    【識別番号】 390034245

    【氏名又は名称】 多摩化学工業株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100082739

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 成瀬 勝夫

【選任した代理人】

    【識別番号】 100087343

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 中村 智廣

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 011970

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9716877

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 分散安定性に優れた研磨剤スラリー及び基板の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 1 種又は 2 種以上の酸化物からなる研磨微粒子と、コロイド状酸化物であって上記研磨微粒子より小さい平均粒径を有するコロイダル微粒子と、これら研磨微粒子及びコロイダル微粒子を分散させる分散媒とを含むことを特徴とする分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 2】 研磨微粒子の平均粒径 ( $D_p$ ) が  $100 \sim 5,000$  nm であって、コロイダル微粒子の平均粒径 ( $D_c$ ) が  $10 \sim 300$  nm であり、上記研磨微粒子の平均粒径 ( $D_p$ ) とコロイダル微粒子の平均粒径 ( $D_c$ ) との粒径比 ( $D_c/D_p$ ) が 10 以下である請求項 1 に記載の分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 3】 研磨微粒子の粒子濃度 ( $C_p$ ) が 5 ～ 30 重量%であって、コロイダル微粒子の粒子濃度 ( $C_c$ ) が 0.1 ～ 5 重量%であり、上記研磨微粒子とコロイダル微粒子との重量配合比 ( $C_c/C_p$ ) が 1 以下である請求項 1 又は 2 に記載の分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 4】 分散媒が水又は水を主成分とする水性分散媒である請求項 1 ～ 3 のいずれかに記載の分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 5】 研磨微粒子が酸化セリウム粒子である請求項 1 ～ 4 のいずれかに記載の分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 6】 コロイダル微粒子がコロイダルシリカである請求項 1 ～ 5 のいずれかに記載の分散安定性に優れた研磨剤スラリー。

【請求項 7】 無機質の基板を製造する方法であって、請求項 1 ～ 6 のいずれかに記載の研磨剤スラリーを用いて上記基板を研磨する研磨工程を含むことを特徴とする基板の製造方法。

【請求項 8】 基板がその表面に酸化膜を有する請求項 7 に記載の基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

**【発明の属する技術分野】**

この発明は、分散安定性に優れた研磨剤スラリーに係り、特に限定するものではないが、半導体製造工程や静電チャック製造工程で行われる基板表面の平坦化のための表面研磨を始めとして、フォトリソグラフィ、ガラスディスク、光学レンズ等の被研磨面の研磨に幅広く採用されている化学的機械研磨（Chemical Mechanical Polishing；以下「CMP」という）の用途に用いるのに好適な研磨剤スラリーに関する。

**【0002】****【従来の技術】**

例えば、半導体製造工程で用いられるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いられるアルミニウム基板等の基板については、極めて高い精度の平坦性が要求されており、その被研磨面である基板表面を平坦化する技術として、研磨微粒子による機械的研磨とエッチング液による化学的研磨とを組み合わせたCMPにより、基板表面に損傷を与えることなく基板表面を高度に平坦化する平坦化技術が採用されている。

**【0003】**

そして、このような平坦化技術で用いる研磨剤としては、一般に、研磨対象となる基板の種類や平坦化技術で要求される加工速度等に応じて、種々の大きさ（平均粒径）を有する酸化セリウム（ $\text{CeO}_2$ ）、二酸化マンガン（ $\text{MnO}_2$ ）等の金属酸化物や、沈降シリカ、ヒュームドシリカ、コロイダルシリカ等の珪素酸化物（ $\text{SiO}_2$ ）や、ヒュームドアルミナ、コロイダルアルミナ等のアルミニウム酸化物（ $\text{Al}_2\text{O}_3$ ）等の種々の種類の研磨微粒子を水等の分散媒中に分散させて得られたスラリーが用いられている。

**【0004】**

しかるに、これらの研磨微粒子は、その種類や大きさによっては分散媒中での分散安定性が悪く、例えば、酸化セリウム粒子の場合には、比較的大きな比重を有するために、酸化セリウム粒子を分散媒中に分散させて研磨剤スラリーを調製すると、調製後しばらくは均一に分散してはいるものの、その後比較的短時間で酸化セリウム粒子が分離し始め、沈降し、やがては粒子の凝集を起こしてその粒

径が大きくなり、粒度分布が広くなるという沈降・凝集の問題を引き起こし、加工速度が経時的に変化し、また、基板表面が損傷する等の問題が生じる。

#### 【0 0 0 5】

このため、従来においては、このような研磨剤スラリーにおける沈降・凝集の問題を解消するため、例えば、研磨剤スラリーの使用直前に攪拌して研磨微粒子を再び分散させる再分散処理や、凝集して所定の粒径より大きくなった異常凝集粒子を濾過して分離除去する分離除去処理等が行われており、基板等の平坦化工程での大きな負担になっている。

#### 【0 0 0 6】

そこで、従来においても、この研磨剤スラリーの沈降・凝集の問題を解決するための幾つかの提案がされている。

すなわち、酸化セリウム粒子、アクリル酸アンモニウム塩とアクリル酸メチルとの共重合体、及び水を含み、沈降し難く、 $\text{SiO}_2$ 絶縁膜等の被研磨面を損傷することなく高速で研磨可能な酸化セリウム研磨剤が提案されている（特許文献 1 参照）。

#### 【0 0 0 7】

また、分散剤として水溶性有機高分子、水溶性陰イオン性界面活性剤、水溶性非イオン性界面活性剤及び水溶性アミンから選ばれた少なくとも 1 種の化合物を含み、最大沈降速度が  $1 \mu\text{m/s}$  以下であり、沈降が少なく、攪拌による均一化が容易であり、 $\text{SiO}_2$ 絶縁膜等の被研磨面を損傷することなく高速で研磨可能な酸化セリウム研磨剤が提案されている（特許文献 2 参照）。

#### 【0 0 0 8】

更に、酸化セリウム粒子と、ポリアクリル酸の全カルボキシル基の 9 0 % 超をアンモニアで中和させた第 1 のポリアクリル酸塩と、ポリアクリル酸の全カルボキシル基の 1 5 ～ 5 0 % をアンモニアで中和させた第 2 のポリアクリル酸塩と、水とを含み、第 1 のポリアクリル酸塩と第 2 のポリアクリル酸塩の合計含有量が 0 . 1 5 ～ 1 重量 % であり、安定性が良く、二層分離や凝集沈降固結、粘度変化を起こさない酸化セリウム研磨剤が提案されている（特許文献 3 参照）。

#### 【0 0 0 9】

しかしながら、これら分散剤を含む酸化セリウム研磨剤についても、1ヶ月あるいはそれ以上の長期に亘って沈降・凝集の問題を解消し、再分散性のよい状態に維持することは困難であり、また、製造工程においては、凝集した研磨剤による装置配管内の詰り等の発生事例も認められ、これらの諸問題を必ずしも完全には解決できないという問題がある。

#### 【0 0 1 0】

また、これらいずれの酸化セリウム研磨剤も、分散剤として水溶性有機高分子、水溶性陰イオン性界面活性剤、水溶性非イオン性界面活性剤、水溶性アミン等の有機化合物を比較的多量（0.1～5重量%）に含むものであり、研磨処理後の廃液中には酸化セリウム粒子の無機物質と分散剤等の有機物質とが混在し、この廃液処理に多大な手間とコストとを要するという問題もある。

#### 【0 0 1 1】

加えて、このような研磨剤スラリーについては、その製造コストや輸送コストを可及的に低減するという観点から、製造時にはできるだけ高濃度のものを製造し、使用時に所定の濃度まで希釈して使用するのが望ましいが、沈降・凝集の問題は高濃度であればあるほど発生し易く、より一層の分散安定性に優れた研磨剤スラリーの開発が望まれている。

#### 【0 0 1 2】

【特許文献1】 特開 2 0 0 0 - 1 7 1 9 5 号公報

【特許文献2】 特開 2 0 0 1 - 1 3 8 2 1 4 号公報

【特許文献3】 特開 2 0 0 2 - 3 5 3 1 7 5 号公報

#### 【0 0 1 3】

##### 【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明者らは、長期に亘って分散安定性に優れており、また、再分散性が良好で、沈降・凝集の問題を可及的に解消することができるほか、有機系分散剤を全く使用しない分散剤フリーでの使用が可能な研磨剤スラリーについて鋭意検討した結果、コロイド状酸化物であって研磨微粒子より小さい平均粒径を有するコロイダル微粒子を添加することにより、研磨微粒子の沈降・凝集を可及的に抑制できることを見出し、本発明を完成した。

**【0014】**

従って、本発明の目的は、長期に亘って分散安定性に優れており、また、再分散性が良好で、沈降・凝集の問題を可及的に解消することができるほか、有機系分散剤を全く使用しない分散剤フリーでの使用が可能な研磨剤スラリーを提供することにある。

**【0015】**

また、本発明の他の目的は、このような研磨剤スラリーを用いて、CMPにより半導体製造工程で用いられるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いられるアルミニウム基板等の基板を工業的に有利に製造するための基板の製造方法を提供することにある。

**【0016】****【課題を解決するための手段】**

すなわち、本発明は、1種又は2種以上の酸化物からなる研磨微粒子と、コロイド状酸化物であって上記研磨微粒子より小さい平均粒径を有するコロイダル微粒子と、これら研磨微粒子及びコロイダル微粒子とを分散させる分散媒とを含む、分散安定性に優れた研磨剤スラリーである。

また、本発明は、無機質の基板を製造する方法であって、上記の研磨剤スラリーを用いて基板を研磨する研磨工程を含む、基板の製造方法である。

**【0017】**

本発明において、研磨微粒子として用いられる酸化物としては、従来この種の研磨微粒子として用いられているものをそのまま使用することができ、具体的には、酸化セリウム ( $\text{CeO}_2$ )、二酸化マンガン ( $\text{MnO}_2$ ) 等の金属酸化物や、沈降シリカ、ヒュームドシリカ、コロイダルシリカ等の珪素酸化物 ( $\text{SiO}_2$ ) や、ヒュームドアルミナ、コロイダルアルミナ等のアルミニウム酸化物 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 等を挙げることができる。これらはその1種のみを単独で用いることができるほか、2種以上を混合して用いることもできる。

**【0018】**

これらの酸化物のうち、本発明で研磨微粒子として用いる上で好ましいのは、例えば酸化セリウム粒子、酸化アルミニウム粒子等のように、比較的比重が高く



、あるいは、比較的平均粒径が大きく、それ自体では沈降・凝集を起こし易いものであるのがよく、このような研磨微粒子に対して特に有効である。

#### 【0 0 1 9】

本発明で用いる研磨微粒子の平均粒径 ( $D_p$ ) については、特に制限はなく、また、種類によっても異なるが、酸化セリウム粒子の場合には、通常 1 0 0 ~ 5 , 0 0 0 nm、好ましくは 5 0 0 ~ 2 , 0 0 0 nmであるのがよく、研磨微粒子の種類によっては、平均粒径 ( $D_p$ ) が 1 0 0 nmより小さいと研磨能力が十分に発揮されない場合があり、反対に、5 , 0 0 0 nmより大きくなると研磨面に傷が生じ易いという問題がある。

#### 【0 0 2 0】

また、この研磨微粒子と共に用いられるコロイダル微粒子については、例えば、コロイダルシリカ、コロイダルアルミナ等のコロイド状酸化物を挙げることができ、これらはその1種のみを単独で用いることができるほか、2種以上を混合して用いることもできる。

#### 【0 0 2 1】

そして、このコロイダル微粒子の平均粒径 ( $D_c$ ) については、少なくとも上記研磨微粒子より小さいことが必要であり、種類によっても異なるが、コロイダルシリカの場合を含めて多くの場合、通常 1 0 ~ 3 0 0 nm、好ましくは 2 0 ~ 2 0 0 nmであって、上記研磨微粒子の平均粒径 ( $D_p$ ) とこのコロイダル微粒子の平均粒径 ( $D_c$ ) との粒径比 ( $D_c/D_p$ ) が 1 0 以下、好ましくは 0 . 0 1 ~ 3 程度であるのがよい。このコロイダル微粒子の平均粒径 ( $D_c$ ) が 1 0 nmより小さいと製造時に不安定でゲル化し易く、反対に、3 0 0 nmより大きくなると粒径にバラツキが生じ易く、また、粒径比 ( $D_c/D_p$ ) が 1 0 を超えると結果として研磨微粒子が小さくなりすぎて研磨能力が十分に発揮されない。

#### 【0 0 2 2】

更に、研磨剤スラリーを構成する分散媒については、従来この種の研磨剤スラリーにおいて用いられている分散媒をそのまま用いることができ、特に制限されるものではなく、この研磨剤スラリーの用途、例えば半導体製造工程で用いるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いるアルミニウム基板等の基板の平坦化

に用いられるCMP用の研磨剤スラリーであるか、フォトリソマスクブランクス、ガラスディスク、光学レンズ等の被研磨面の研磨に用いられるCMP用の研磨剤スラリーであるか、更にはその他の被研磨面の研磨に用いられる通常の研磨剤スラリーであるか等によって適宜選択できるが、好ましくは水、又は、水を主成分としてメタノール、エタノール、n-プロパノール、iso-プロパノール、n-ブタノール、tert-ブタノール等のアルコール類や、ケトン類、エステル類、エーテル類等の水溶性溶剤を含む水性分散媒が好適に用いられる。また、この分散媒中には、従来の場合と同様に、必要に応じてCMPの際に化学的研磨を行うためのエッチング液も添加される。

### 【0023】

そして、本発明の研磨剤スラリーを構成する上記研磨微粒子の粒子濃度 ( $C_p$ ) については、研磨微粒子の種類によって異なるが、酸化セリウム粒子の場合には、通常5～40重量%、好ましくは5～30重量%、より好ましくは5～10重量%であって、また、コロイダル微粒子の粒子濃度 ( $C_c$ ) については、コロイダルシリカの場合を含めて多くの場合、通常0.1～5重量%、好ましくは0.5～2重量%であるのがよく、更に、上記研磨微粒子とコロイダル微粒子との重量配合比 ( $C_c/C_p$ ) が1以下、好ましくは0.5以下であるのがよい。このような粒子濃度 ( $C_p$ ) 及び ( $C_c$ ) で調製された研磨剤スラリーは、そのままの粒子濃度 ( $C_p$ ) 及び ( $C_c$ ) で、あるいは、必要に応じて分散媒により所定の粒子濃度 ( $C_p$ ) 及び ( $C_c$ ) まで希釈してCMP等の研磨に用いられる。研磨微粒子の粒子濃度 ( $C_p$ ) が5重量%より低いと研磨能力が不足し、反対に、40重量%より高くなると溶解性に問題が生じる。また、コロイダル微粒子の粒子濃度 ( $C_c$ ) が0.1重量%より低いと沈降・凝集の抑制効果が低下し、反対に、5重量%より高くなると逆に凝集現象が生じ易くなる。更に、研磨微粒子とコロイダル微粒子との重量配合比 ( $C_c/C_p$ ) が1を超えると、凝集現象が生じ易くなる。

### 【0024】

本発明の研磨剤スラリーは、特に水溶性有機高分子、水溶性陰イオン性界面活性剤、水溶性非イオン性界面活性剤及び水溶性アミン等の有機系分散剤を添加しなくても長期に亘る分散安定性に優れており、また、再分散性が良好で、沈降・

凝集の問題を可及的に解消することができる。

#### 【 0 0 2 5 】

また、本発明において、研磨剤スラリーを調製する方法についても、その構成成分である研磨微粒子、コロイダル微粒子及び分散媒が均一に混合され、分散媒中に研磨微粒子及びコロイダル微粒子が均一に分散したスラリーとなればよく、特に制限はなく、通常の攪拌機を用いて調製できるほか、必要により超音波分散機、ホモジナイザー、ボールミル、振動ボールミル、遊星ボールミル、媒体攪拌式ミル等の湿式分散機を用いることができる。

#### 【 0 0 2 6 】

本発明の研磨剤スラリーは、半導体製造工程で用いるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いるアルミニウム基板等の基板の平坦化だけでなく、所定の配線を有する配線板に形成された酸化珪素絶縁膜等の酸化膜、ガラス、窒化ケイ素等の無機絶縁膜、フォトマスク・レンズ・プリズム等の光学ガラス、ITO等の無機導電膜、ガラス及び結晶質材料で構成される光集積回路・光スイッチング素子・光導波路、光ファイバーの端面、シンチレータ等の光学用単結晶、固体レーザー単結晶、青色レーザー用LEDサファイア基板、SiC、GaP、GaAs等の半導体単結晶、磁気ディスク用ガラス基板、磁気ヘッド等を研磨するために使用される。

#### 【 0 0 2 7 】

例えば、回路素子とアルミニウム配線が形成された段階の半導体基板や、回路素子が形成された段階の半導体基板等の基板上に酸化珪素絶縁膜等の酸化膜が形成された基板について、その酸化膜表面の凹凸を解消するための平坦化を目的にCMPを行う場合、基板を保持するホルダーと研磨布（パッド）が貼り付けられた回転盤とを備えた一般的な研磨装置を用い、研磨布には本発明の研磨剤スラリーをポンプ等で連続的に一定量ずつ供給し、所定の回転数及び加圧下の下に研磨することができる。

#### 【 0 0 2 8 】

そして、研磨終了後の基板については、通常の後処理の場合と同様に、流水中で良く洗浄後、スピンドライヤ等を用いて基板上に付着した水滴を払い落として

から乾燥させる。

この基板の研磨の際に排出される廃液については、有機系分散剤を全く使用しない分散剤フリーであるため、従来に比べてその廃液処理を極めて経済的に行うことができる。

#### 【 0 0 2 9 】

##### 【発明の実施の形態】

以下、実施例及び比較例に基づいて、本発明の好適な実施の形態を具体的に説明する。

#### 【 0 0 3 0 】

##### 実施例 1 ～ 2 7

##### 〔コロイダルシリカ (20nm) の調製〕

液留出口、液面制御装置及び攪拌機を備えたジャケット付き $1\text{m}^3$ -タンクに、メチルシリケート 3 2 kg、メタノール 1 0 0 kg及び純水 7 6 8 kgを仕込み、混合してA液とした。

また、攪拌機を備えた $3\text{m}^3$ -タンクに、メチルシリケート 3 6 8 kg、メタノール 1 0 0 kg、純水 1 8 4 0 g 及び28wt%-アンモニア水 1 2 kgを仕込み、混合してB液とした。

#### 【 0 0 3 1 】

次に、A液が入ったタンクをスチーム加熱し、メタノールと水の混合液を留出させ、A液から液が留出し始めたところでA液の液面が一定になるようにB液を添加し、B液の全てを添加し終えたところで、更にA液の液面が一定になるように純水 2 4 0 kgを添加し、反応させた。

反応終了後、A液が入っていたタンク内から反応生成物を取り出して分析した結果、シリカ濃度が2 0 重量%であって平均粒径が2 0 nmであるコロイド状シリカ生成物（コロイダルシリカ (20nm)）であった。

#### 【 0 0 3 2 】

##### 〔コロイダルシリカ (70nm) の調製〕

攪拌機を備えたジャケット付き $3\text{m}^3$ -タンクに、メタノール 1 7 2 1 . 7 kg、純水 3 0 6 . 3 kg及び28wt%-アンモニア水 8 8 . 4 kgを仕込み、混合した後、液温

を  $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$  に調整し、次いで液温を  $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$  に維持しながら 2 ~ 2.5 時間かけて攪拌下に 404.4 kg のメチルシリケートを投入し、反応させた。

#### 【0033】

反応終了後、得られた反応混合物の粗製品を液留出口、液面制御装置及び攪拌機を備えたジャケット付き  $1\text{m}^3$ -タンクに移し、タンクをスチーム加熱してメタノール、水及びアンモニアの混合液を留出させ、タンクから液が留出し始めたところで液面が一定になるように残りの反応混合物を添加し、反応混合物の全てを添加し終えたところで、更に液面が一定になるように純水を添加し、タンク内の液温が  $100^{\circ}\text{C}$  に到達するまで純水の添加を行った。

#### 【0034】

液温が  $100^{\circ}\text{C}$  に到達したところで加熱を終了し、中間製品にして冷却し、液温が  $70^{\circ}\text{C}$  になったところで適量の 28wt%-アンモニア水を添加し、更に攪拌して混合した後、タンクから反応生成物を取り出した。

得られた反応生成物は、シリカ濃度が 30 重量%であって平均粒径が 70 nm であるコロイド状シリカ生成物（コロイダルシリカ (70nm)）であった。

#### 【0035】

〔コロイダルシリカ (170nm) の調製〕

攪拌機を備えたジャケット付き  $1.8\text{m}^3$ -タンクに、メタノール 885.1 kg、純水 63.1 kg 及び 28wt%-アンモニア水 113.25 kg を仕込み、混合した後、温度を  $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$  に調整し、次いで液温を  $23 \pm 1^{\circ}\text{C}$  に維持しながら 3 時間かけて攪拌下に 171.1 kg のメチルシリケートを投入し、反応させた。

#### 【0036】

反応終了後、得られた反応混合物の粗製品を液留出口、液面制御装置及び攪拌機を備えたジャケット付き  $1\text{m}^3$ -タンクに移し、タンクをスチーム加熱してメタノール、水及びアンモニアの混合液を留出させ、タンクから液が留出し始めたところで液面が一定になるように残りの反応混合物を添加し、反応混合物の全てを添加し終えたところで、更に液面が一定になるように純水を添加し、タンク内の液温が  $100^{\circ}\text{C}$  に到達するまで純水の添加を行った。

#### 【0037】

液温が100℃に到達したところで加熱を終了し、中間製品にして冷却し、液温が70℃になったところで適量の28wt%-アンモニア水を添加し、更に攪拌して混合した後、タンクから反応生成物を取り出した。

得られた反応生成物は、シリカ濃度が22重量%であって平均粒径が170nmであるコロイド状シリカ生成物（コロイダルシリカ(170nm)）であった。

#### 【0038】

##### 〔研磨剤スラリーの調製〕

研磨微粒子として平均粒径1.1μm及び最大粒径8μmの酸化セリウム粒子（セイミケミカル社製商品名：TE-508）を用い、コロイダル微粒子として上で得られた3種類のコロイダルシリカを用い、分散媒として純水を用い、表1に示す割合で配合し、攪拌機にて均一に混合し、各実施例1～27の研磨剤スラリーを調製した。

#### 【0039】

##### 〔沈殿・凝集状態及び再分散性の評価〕

得られた各実施例1～27の研磨剤スラリーについて、その50mlを100ml-試験管内に入れ、1ヶ月間静止放置の後、沈殿・凝集の状態を目視で観察した。

また、50mlの研磨剤スラリーを100ml-ポリエチレン製容器内に入れ、1ヶ月間静止放置した。その後、手振りによる再分散性を目視で観察すると共に、卓上型ボールミル攪拌機（入江商会社製：型式V-1M）の上に横に寝かせて載置し、攪拌回転数100rpm及び攪拌時間10分の条件で攪拌し、攪拌機による再分散性を目視で観察した。

#### 【0040】

上記の沈殿・凝集状態と再分散性の結果を、

- ◎：沈殿部全体がソフトであって、手振りにより数秒で再分散が可能であり、また、攪拌機により5分以内に再分散が可能である、
- ：沈殿部に固い部分があるが、手振りによる再分散に30秒程を要し、また、攪拌機による再分散に10分程を要す、
- △：沈殿部に固い部分があるが、手振りによる再分散に2分以上を要し、また、攪拌機による再分散に10分程を要す、

×：沈殿部全体が完全に固化し、10分間の手振りでも再分散せず、また、攪拌機による再分散に10分間以上を要する、  
の4段階で評価した。

結果を表1に示す。

#### 【0041】

〔石英基板研磨速度〕

また、研磨剤スラリーを超純水で3倍に希釈し、研磨布を備えたCMP用研磨機（ナノファクター社製：FACT-200）を用い、回転数200rpm、加工圧力500g/cm<sup>2</sup>、及び研磨剤スラリーの供給速度10ml/minの条件下で、試料（幅3.3cm×2.6cm、厚さ1.15mmの石英基板）を10分間研磨し、研磨前後の試料の厚さをマイクロメーターで測定し、研磨前後の試料の厚さから石英基板（SiO<sub>2</sub>）に対する研磨速度（μm/10min）を求めた。

結果を表1に示す。

#### 【0042】

比較例1～15

有機系分散剤としてポリビニルピロリドン（PVP）を用い、上記実施例1～27の場合と同様にして比較例1～15の研磨剤スラリーを調製し、得られた各比較例1～15の研磨剤について、各実施例1～27の場合と同様にして、沈殿・凝集状態及び再分散性を評価し、また、石英基板（SiO<sub>2</sub>）に対する研磨速度（μm/10min）を求めた。

結果を上記各実施例1～27と共に表1に示す。

#### 【0043】

【表 1】

実施例 No.			1	2	3	4	5	6	7	8	9
研 磨 剤	組成(wt%)	CeO <sub>2</sub>	5	15	30	5	15	30	5	15	30
		コロイダルシリカ(20nm)	1	1	1	2	2	2	5	5	5
		分散剤	—	—	—	—	—	—	—	—	—
沈殿凝固状態及び再分散性の評価			◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
石英基板研磨速度(3倍希釈液: $\mu\text{m}/10\text{min}$ )			10	10	10	10	10	10	10	10	10
実施例 No.			10	11	12	13	14	15	16	17	18
研 磨 剤	組成(wt%)	CeO <sub>2</sub>	5	15	30	5	15	30	5	15	30
		コロイダルシリカ(70nm)	1	1	1	2	2	2	5	5	5
		分散剤	—	—	—	—	—	—	—	—	—
沈殿凝固状態及び再分散性の評価			◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
石英基板研磨速度(3倍希釈液: $\mu\text{m}/10\text{min}$ )			10	10	10	10	10	10	10	10	10
実施例 No.			19	20	21	22	23	24	25	26	27
研 磨 剤	組成(wt%)	CeO <sub>2</sub>	5	15	30	5	15	30	5	15	30
		コロイダルシリカ(170nm)	1	1	1	2	2	2	5	5	5
		分散剤	—	—	—	—	—	—	—	—	—
沈殿凝固状態及び再分散性の評価			◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎
石英基板研磨速度(3倍希釈液: $\mu\text{m}/10\text{min}$ )			10	10	10	10	10	10	10	10	10
比較例 No.			1	2	3	4	5	6	7	8	9
研 磨 剤	組成(wt%)	CeO <sub>2</sub>	5	15	30	5	15	30	5	15	30
		コロイダルシリカ	—	—	—	—	—	—	—	—	—
		分散剤	—	—	—	1	1	1	3	3	3
沈殿凝固状態及び再分散性の評価			×	×	×	△	△	△	×	×	×
石英基板研磨速度(3倍希釈液: $\mu\text{m}/10\text{min}$ )			—	—	—	10	10	10	10	10	10
比較例 No.			10	11	12	13	14	15			
研 磨 剤	組成(wt%)	CeO <sub>2</sub>	5	15	30	5	15	30			
		コロイダルシリカ(170nm)	—	—	—	—	—	—			
		分散剤	1	1	1	3	3	3			
沈殿凝固状態及び再分散性の評価			△	△	△	○	△	△			
石英基板研磨速度(3倍希釈液: $\mu\text{m}/10\text{min}$ )			10	10	10	10	10	10			

## 【0044】

表 1 に示す結果から明らかなように、本発明の各実施例 1 ～ 27 の研磨剤スラリーはいずれも沈降・凝集状態及び再分散性の評価、及び、石英基板研磨速度において優れた性能を発揮するのに対し、コロイダル微粒子及び分散剤のいずれも添加しない比較例 1 ～ 3 の研磨剤スラリーは再分散が不可能で研磨速度が測定されず、また、1 重量%又は 3 重量%の分散剤のみを添加した比較例 4 ～ 15 の研磨剤スラリーは再分散に長時間を要しており、本発明の研磨剤スラリーが特に沈降・凝集状態及び再分散性において優れた性能を有することが判明した。

## 【0045】

## 【発明の効果】

本発明によれば、長期に亘って分散安定性に優れており、また、再分散性が良



好で、沈降・凝集の問題を可及的に解消することができ、また、有機系分散剤を全く使用しない分散剤フリーでの使用が可能な研磨剤スラリーを提供することができる。

また、本発明の研磨剤スラリーを用いることにより、CMPにより半導体製造工程で用いられるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いられるアルミニウム基板等の基板を工業的に有利に製造することができる。

【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 長期に亘って分散安定性に優れており、また、再分散性が良好で、沈降・凝集の問題を可及的に解消することができ、有機系分散剤を全く使用しない分散剤フリーでの使用が可能な研磨剤スラリーを提供する。また、このような研磨剤スラリーを用いて、CMPにより半導体製造工程で用いられるシリコン基板や静電チャック製造工程で用いられるアルミニウム基板等の基板を工業的に有利に製造するための基板の製造方法を提供する。

【解決手段】 1 種又は 2 種以上の酸化物から選ばれた研磨微粒子と、コロイド状酸化物であって上記研磨微粒子より小さい平均粒径を有するコロイダル微粒子と、これら研磨微粒子及びコロイダル微粒子を分散させる分散媒とを含む、分散安定性に優れた研磨剤スラリーである。また、このような研磨剤スラリーを用いて無機質の基板を研磨する研磨工程を含む基板の製造方法である。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 3 - 1 3 1 0 2 5

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [ 3 9 0 0 3 4 2 4 5 ]

1. 変更年月日	2 0 0 2 年 8 月 2 2 日
[変更理由]	住所変更
住 所	神奈川県川崎市川崎区東田町 6 番地 1 号
氏 名	多摩化学工業株式会社